

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## BEST AVAILABLE IMAGES

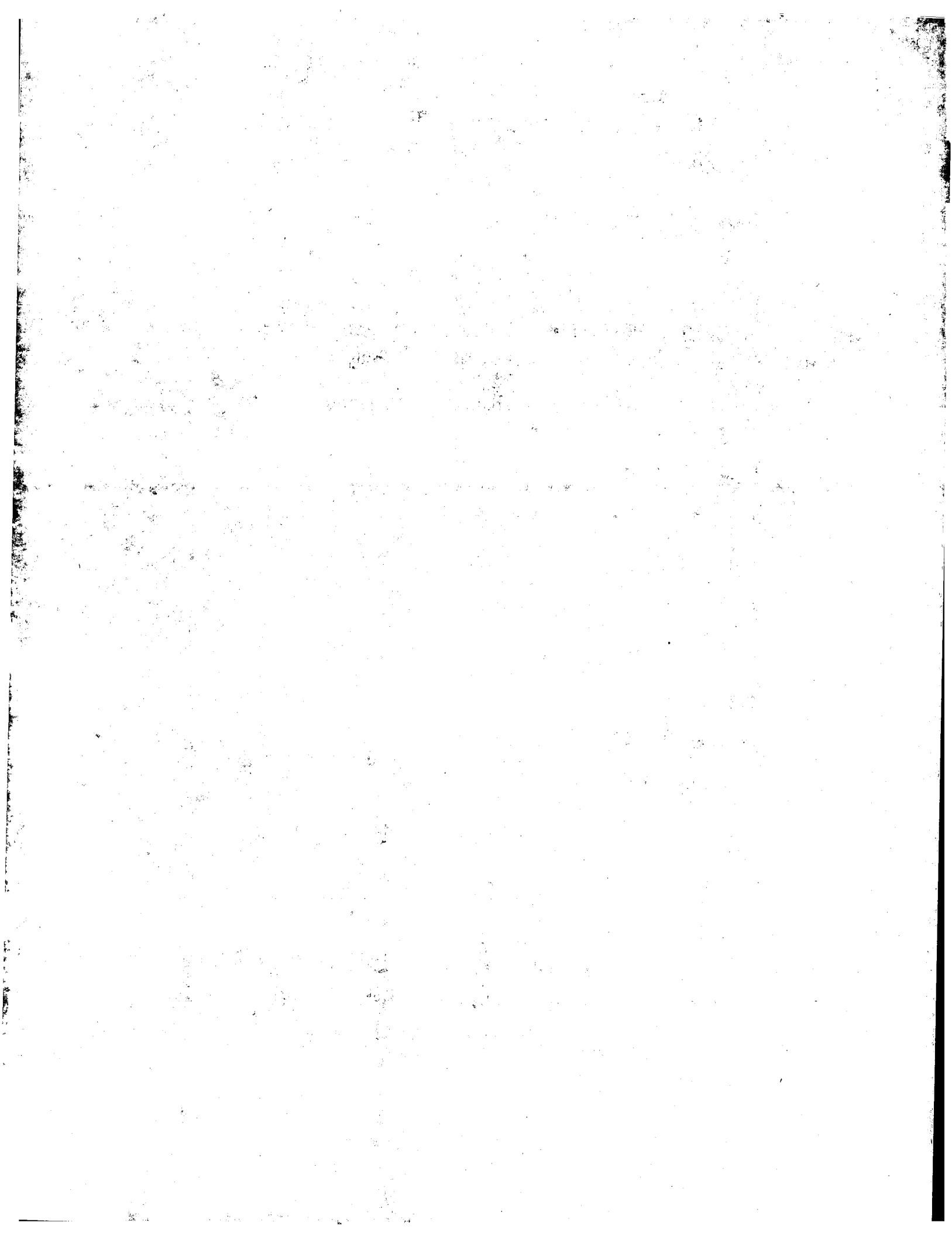
Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**



(6)

**HERBICIDE COMPOSITION**

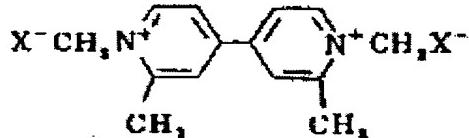
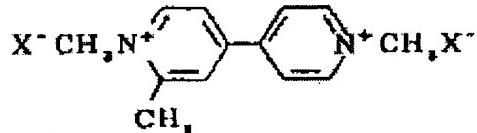
**Patent number:** JP57014507  
**Publication date:** 1982-01-25  
**Inventor:** FUJIMOTO EINOSUKE; others: 02  
**Applicant:** ASAHI CHEM IND CO LTD  
**Classification:**  
 - International: A01N43/40  
 - european:  
**Application number:** JP19800087241 19800628  
**Priority number(s):**

**Abstract of JP57014507**

**PURPOSE:** A herbicide composition keeping high herbicidal effects and reduced toxicity, obtained by blending a 1,1'-dimethyl-4,4'-pyridinium salt with a 1,1',2-trimethyl-4,4'-pyridinium salt and a 1,1',2,2'-tetramethyl-4,4'-pyridinium salt in a specific ratio.

**CONSTITUTION:** A composition A comprising 40-60wt% 1,1'-dimethyl-4,4'-pyridinium salt (PQ for short) shown by the formula I ( $X^-$  is inorganic or organic anion), 35-60wt% 1,1'-2-trimethyl-4,4'-pyridinium salt (MMPQ for short) shown by the formula II, and <5wt% 1,1',2,2'-tetramethyl-4,4'-pyridinium salt (DMPQ for short) shown by the formula III, a composition B comprising 40-60wt% PQ, <5wt% MMPQ, and 35-60wt% D<PQ, and a composition C comprising 60-90wt% PQ, <=40wt% MMPQ, and <=40wt% DMPQ.

**EFFECT:** An inexpensive raw material.



## HERBICIDE COMPOSITION

Patent Number: JP57014507  
Publication date: 1982-01-25  
Inventor(s): FUJIMOTO EINOSUKE; others: 02  
Applicant(s): ASAHI CHEM IND CO LTD  
Requested Patent:  JP57014507  
Application Number: JP19800087241 19800628  
Priority Number(s):  
IPC Classification: A01N43/40  
EC Classification:  
Equivalents: JP1458789C, JP63002241B

### Abstract

PURPOSE: A herbicide composition keeping high herbicidal effects and reduced toxicity, obtained by blending a 1,1'-dimethyl-4,4'-pyridinium salt with a 1,1',2- trimethyl-4,4'-pyridinium salt and a 1,1',2,2'-tetramethyl-4,4'-pyridinium salt in a specific ratio.

CONSTITUTION: A composition A comprising 40-60wt% 1,1'-dimethyl-4,4'-pyridinium salt (PQ for short) shown by the formula I ( $X<->$  is inorganic or organic anion), 35-60wt% 1,1'-2-trimethyl-4,4'-pyridinium salt (MMPQ for short) shown by the formula II, and <5wt% 1,1',2,2'-tetramethyl-4,4'-pyridinium salt (DMPQ for short) shown by the formula III, a composition B comprising 40-60wt% PQ, <5wt% MMPQ, and 35-60wt% DEFFECT: An inexpensive raw material.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

(1) 日本国特許庁 (JP) (2) 特許出願公開  
 (2) 公開特許公報 (A) 昭57—14507

Int. Cl.<sup>3</sup>  
 A 01 N 43/40

識別記号  
 1 0 2

庁内整理番号  
 7055—4H

(3) 公開 昭和57年(1982)1月25日

発明の数 3  
 審査請求 未請求

(全 8 頁)

(4) 除草剤組成物

(1) 特願 昭55—87241  
 (2) 出願 昭55(1980)6月28日  
 (3) 発明者 藤本栄之助  
 川崎市川崎区夜光1丁目3番1  
 号旭化成工業株式会社内  
 (4) 発明者 三角照之  
 川崎市川崎区夜光1丁目3番1

号旭化成工業株式会社内  
 (5) 発明者 横山茂雄  
 川崎市川崎区夜光1丁目3番1  
 号旭化成工業株式会社内  
 (6) 出願人 旭化成工業株式会社  
 大阪市北区堂島浜1丁目2番6  
 号  
 (7) 代理人 弁理士 青木朗 外3名

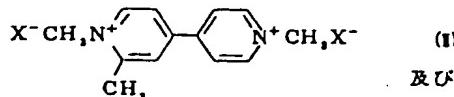
明細書

1. 発明の名称

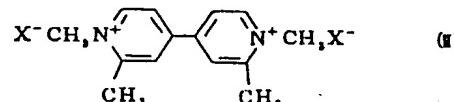
除草剤組成物

2. 特許請求の範囲

1. 下記式



及び



(式中、 $X^-$ は無機又は有機のアニオン基を示す)  
 の化合物(I)、(II)及び(III)を下記組成で含んで成る毒  
 性の低減された除草剤組成物。

化合物(I)：40～60重量%

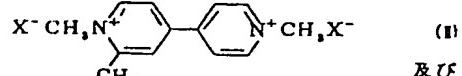
化合物(II)：35～60重量%

化合物(III)：5重量%未満

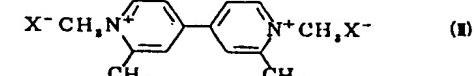
2. 下記式



及



及



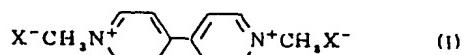
(式中、 $X^-$ は無機又は有機のアニオン基を示す)  
 の化合物(I)、(II)及び(III)を下記組成で含んで成る毒  
 性の低減された除草剤組成物。

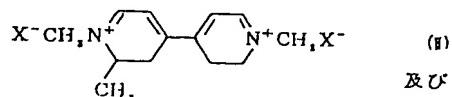
化合物(I)：40～60重量%

化合物(II)：5重量%未満

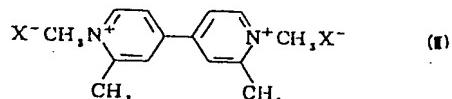
化合物(III)：35～60重量%

3. 下記式





及び



(式中、 $\text{X}^-$ は無機又は有機のアニオン基を示す)  
の化合物(I)、(II)及び(III)を下記組成で含んで成る毒性の低減された除草剤組成物。

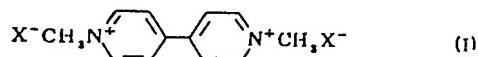
化合物(I)：60重量%超90重量%以下

化合物(II)：40重量%以下

化合物(III)：40重量%以下

## 3. 発明の詳細な説明

本発明は除草剤組成物に古より、更に詳しくは下記式(I)、(II)及び(III)で示されるビビリジルウム塩を含んで成る毒性の低減された除草剤組成物に関する。



(3)

べる通りである。

本発明の除草剤組成物はこれらの化合物(I)、(II)及び(III)を下記の組成で含んで成る。

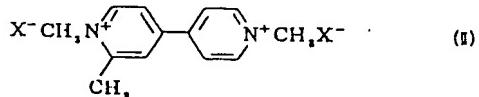
組成物	P Q (I)	MMPQ (II)	DMPQ (III)
A	40~60重量%	35~60重量%，5重量%未満*	
B	40~60重量%	5重量%未満**，35~60重量%	
C	60重量%超90%，40重量%以下**，40重量%以下 重量%以下 好ましくは60重量%超80重量%以下	好ましくは3~40重量%	

- \* 1: DMPQ (III)を含まない組成物も可。
- \* 2: MMPQ (II)を含まない組成物も可。

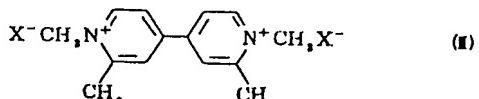
本発明の除草剤組成物においてP Qの量が90重量%を超えると、P Qの毒性を十分に緩和できず、毒性の低減された除草剤組成物が得られない。またDMPQの量が60重量%を超えると、組成物の除草効果が十分でなく実用的でない。

本発明組成物の構成化合物であるP Qは既に有

1, 1'-ジメチル-4, 4'-ビビリジルウム塩(以下、P Qと称す)



1, 1', 2-トリメチル-4, 4'-ビビリジルウム塩(以下、MMPQと称す)



1, 1', 2, 2'-テトラメチル-4, 4'-ビビリジルウム塩(以下、DMPQと称す)

上記式(I)、(II)および(III)において、 $\text{X}^-$ はアニオン基、例えばハロゲン原子、硫酸基、重硫酸基、メチル硫酸基、亜硫酸基、硝酸基、亜硝酸基、リン酸基、リン酸水素基、リン酸二水素基、ピロリン酸基、ベンゼンスルファン酸基、又はP-トルエンスルファン酸基等の無機又は有機アニオンを表わすが、この基については後に更に詳しく述

(4)

用な除草剤として知られているが、残念なことに毒性が強く使用する場合には事故防止のため細心の注意と対策を払う必要があった。

本発明者等は既存の除草剤であるP Qのかかる問題点を払拭し、薬効を高く維持したままその毒性を低減せしめた除草剤組成物を提供すべく鋭意研究を続けた結果、その目的を達成し、前記した組成の新しい除草剤組成物を発明するに至った。

本発明組成物の他の構成化合物であるDMPQおよびMMPQは既に米国特許第3,940,041号明細書に記載されている通り公知物質であるが、その明細書によれば、対応するビビリジル化合物の四級化反応によって前記二つの塩を合成できるという記載があるのみで、その薬効および工業的な全般にわたる製造工程の示唆は見られない。更にMMPQに関してはAust. J. Chem., 30巻657~662ページ(1977年)の中に合成法が詳細に述べられているが、4, 4'-ビビリジルをメチルリチウムによって2の位置をメチル化し、続いてそれを四級化する方法であり、全く非

(5)

(6)

工業的な方法であってわれわれの興味を引くものではない。

本発明者らは先きに從来全く知られていなかつた方法により、即ち1, 1', 2, 2'-テトラメチル-テトラヒドロ-4, 4'-ビピリジルを原料化合物とし、これを水の存在下に原料化合物の1~10倍モル量、好ましくは1~5倍モル量の芳香族ニトロ化合物で酸化処理することによって、DMPQ, MMPQ およびPQから成る下記組成の組成物Dを製造することができるを見出し、特許出願した(昭和55年2月25日出願、特願昭55-21544号)。

組成物	PQ(I)	MMPQ(II)	DMPQ(III)
D	60重量%以下	5~55重量%	5~95重量%

本発明者らは更に研究を進めた結果、前述の組成物A、B及びCが毒性の低減された除草剤組成物として有効であることを見出した。これらの組成物A、B、C及びDの組成は第1図の組成図に示す通りである。

(7)

組成物Dの製造法としては1, 2-ジメチルピリジニウム塩を電解二量化しそれによって得られる二量体を更にニトロベンゼン等の芳香族ニトロ化合物によって酸化することによって得られる。PQは既に除草剤として市販されていて、公知の方法によって製造することができる。例えば1-メチルピリジニウム塩を電解二量化し、それによって得られる二量体をニトロベンゼン等の芳香族ニトロ化合物を用いて酸化することによって製造出来るし、またピリジンをNa金属によって二量化し、それを更に塩化メチルで四級化することによって製造出来る。

本発明の組成物を製造するに当つて原料の一部に使用することのできる $\alpha$ -ビコリンはピリジンの製造工程から工業的に副生する極めて安価な物質であつて本発明の経済性の大きな特徴となっている。

上記組成物の製造に当つて使用する酸化剤は、例えばニトロベンゼン、ニトロトルエンなどの芳香族ニトロ化合物のみならずキノン類および不飽

前記組成物A、B及びCは、(1) 1-メチルピリジニウム塩および1, 2-ジメチルピリジニウム塩を電解共二量化し、それによって得られる二量体混合物を更にニトロベンゼン等の芳香族ニトロ化合物によって酸化することによって得られるし、また別法としてピリジンおよび2-メチルピリジン( $\alpha$ -ビコリン)をNa金属等を使って共二量化し続いて塩化メチルにより四級化することによって得られる。また(2)、先に発明した組成物DとPQ(I)を任意の割合で混合することによつても得られるし、更にまた(3)、前記電解共二量化等の方法によつて得られる組成物(I)とPQを混合することによつても得られる。混合するものは2種類に限らずある場合には組成物(I)、組成物DおよびPQのように3種類又はそれ以上混合してもよい。更に必要な場合はMMPQを2-メチル-4, 4'-ビピリジルを塩化メチルで四級化することによつて製造し、MMPQとPQまたはMMPQと組成物D、更にあるいはMMPQと組成物(I), (II), (III)等とを混合することも出来る。

(8)

和カルボン酸等の有機酸化剤であつても良いが、これらを用いた場合得られるDMPQ, MMPQ およびPQ等が不溶性となつて反応系に析出し、後の処理工程が困難となつたり、また酸化剤の過元体が生成する塩の対アニオンになるために回収が複雑となつたりする。これに対し、芳香族ニトロ化合物を使用する場合にはかかる不都合な現象は全く発生しない。

本発明者等の認めたところによると、ある種の芳香族ニトロ化合物は単独では電解で得られた二量体(单一物又は混合物)を酸化する能力に乏しく、工業的利用価値が殆んどないにもかかわらず、驚くべきことには反応系中に水が共存することにより、その酸化能力が飛躍的に向上する。更に反応系に水を共存させることのもう一つの有利な点は、生成するDMPQ, MMPQ およびPQの塩の対アニオンがすべて水酸基になることであり、従つて後の精製工程が極めて単純且つ容易になり、また同時に酸化剤の回収再利用も容易になるとある。

(9)

(10)

去し窒素等の不活性ガス下でシールしながら反応させなければならないが、微量の酸素は反応を促進する作用もあるので完全に酸素を除く必要はない。

反応系に使用する水は反応に関与するだけでなく、生成物の抽出剤としても作用している。

反応は大気圧下室温で短時間内に完結する。

反応生成物は通常、組成不明の少量の副生成物との混合物として得られ、目的物を純度よく取り出すためには、精製回収処理を行なう必要がある。精製方法としては、たとえば反応によって得られたDMPQ, MMPQおよびPQのヒドロキシン塩をカチオン型イオン交換樹脂、特に好ましくは弱酸性型イオン交換樹脂に吸着せしめる際に吸着強度の差によってイオン性副生物と分離精製することが出来る。この場合に非イオン性の副生成物が未吸着のまま分離除去出来ることはいうまでもない。尚、DMPQ, MMPQおよびPQの間に吸着強度の差は殆んどないので、この精製処理操作の際に、反応で得られたこれ等の組成の構成比に

(12)

基、マレイン酸基、サリチル酸基、コハク酸基、トリクロル酢酸基、トリフルオロメタンスルホン酸基等が選ばれる。対アニオンとして特に好ましいものは、塩素イオン、臭素イオン等のハロゲンイオン、硫酸基、メチル硫酸基、硝酸基等である。

本発明の組成物AまたはBは、構成成分の一つである既存除草剤PQの含有率が60%以下であるにもかかわらず、PQ 100%の単体の殺草能力とはほぼ同等の薬剤効果を示す。

更にまた本発明の組成物は構成成分の中にPQを含んでいる場合においても著しく毒性が低いことが判明している。例えばPQを50%含有している組成物の急性毒性はPQ単独のそれよりも2倍以上はるかに大巾に改善されていて、相加平均の計算から予想される以上に毒性が低減していることは驚くべきことである。

このようにして製造した本発明の除草剤組成物は一般に水溶液として使用され、散布または噴霧の方法によって施用する。また他の除草剤と混合して使用することも出来、その際は、水溶液とし

(11)

変化は生じない。

このようにして精製された目的物は、所定の無機酸又は有機酸によって樹脂から脱離溶離させ回収することが出来、そして、必要なならば、その際にもまた溶離速度の差によって更に精製することができる。

溶離のために使用する酸によって、得られる目的物塩の対アニオンは異なるが、たとえば塩酸を用いれば目的物は塩化物の塩として溶離するし、ベンゼンスルフォン酸を使えばベンゼンスルファン酸塩として得られる。

このようにして得られる塩組成物の対アニオンとしては、このように精製操作に際して使用する溶離酸を任意に選ぶことによって、自由に変えることが出来るが、たとえば塩素イオン、臭素イオン、ヨウ素イオン、硫酸基、メチル硫酸基、硝酸基、リン酸基、炭酸基、シアノ酸基、チオシアノ酸基、ケイフッ化水素酸基、ホウフッ化水素酸基、ベンゼンスルファン酸基、アルキルスルファン酸基、安息香酸基、クエン酸基、フマル酸基、りん酸

(13)

—54—

(14)

てだけでなく、水和剤、粒剤、乳剤および粉剤の剤型で用いられる。

殺虫剤や殺菌剤と混合して使用することは、本発明組成物が非選択性の殺草性を示すことから、対象作物に直接散布すると弊害を起すので避けた方がよいが、土壤処理剤として用いることによって直接作物の茎葉に散布しないならばこの限りではない。製剤においては雑草への付着性を向上させるために界面活性剤や展着剤を用いても、もちろんよく、その方が好ましい。

本発明の除草剤組成物の使用対象としては、水田の耕起前雑草枯殺、馬鈴薯および甘藷の発芽前除草処理、トマト、きゅうり、ナス等の移植後の除草処理等に用いられる。

本発明の除草剤組成物の散布使用量は10アール当たり約75gが好ましいが、一般に50gから750gの範囲がよい。これより多く使用しても土壤に吸着されるだけで効果はそれ以上期待出来ず、これより少くないと殺草効果が低下する。

使用に際しての濃度は、製剤を稀釀して約0.05

(15)

電解槽、(2)は陽極室、(3)は中間室、(4)は陰極室、(5)はアニオン型イオン交換樹脂膜、(6)はカチオン型イオン交換樹脂膜、(7)は抽出槽、(8)は抽出溶媒、(9)は水性陰極電解液、(10)は陽極液槽、(11)は中間室液槽、(12)、(13)および(14)はそれぞれ循環ポンプである。

中間室液槽(11)に0.1規定の塩化ナトリウム水溶液を、陽極液槽(10)に1規定の塩化ナトリウム水溶液を入れ、また抽出槽(7)に0.75規定の1-メチルピリジニウムクロライドおよび0.25規定の1,2-ジメチルピリジニウムクロライドの混合液300mlと8時間の電解によって得られた二量体は、全通電量の9.2%に相当し、水素発生に消費された電気量は7.5%であった。

得られた二量体は1-メチルピリジニウム同士の二量体、1,2-ジメチルピリジニウム同士の二量体および1-メチルピリジニウムと1,2-ジメチルピリジニウムとの共二量体の三成分から成る混合物であった。

この二量体混合物の合計量として50mmolの

(17)

重量%にするのが標準であるが、0.03重量%から0.5重量%の範囲で使用してもよい。これより濃くても効果は特に向上せず、また薄い場合には殺草効果が低下する。また稀釀水量をあまりに少量にすると雑草への均一な散布が困難となり、またあまりに多くすると散布液が希薄となり効果が低下する。一般に稀釀水量は10アール当たり100mlないし300mlであり、好ましい範囲は150mlないし200mlである。

次に、実施例によって本発明を更に詳細に説明するが、本発明をこれらの実施例に限定するものでないことはいうまでもない。

#### 製造例1

白金網を陽極とし、有効電極面積2cm×20cmの鉛板を陰極とする電解槽において、陽極側をカチオン型イオン交換樹脂膜、陰極側をアニオン型イオン交換樹脂膜でそれぞれ仕切り、セル厚がそれぞれ4mm、1.5mmおよび1mmの陽極室、中間室および陰極室をつくり、これと抽出槽、液溜を第2図に示すように構成した。第2図において(1)は

(16)

のトルエン溶液に空気を遮断して1.7lの水と150mmolのニトロベンゼンを加え、室温で十分に攪拌しながら2時間反応させた後、攪拌を停止しトルエン層と水層に分離させ、水層だけをアクリル酸を主成分として製造された弱酸性カチオン樹脂に通し、反応で生成したカチオンを吸着させた。

これを更に0.05規定の塩酸でpH3ないし6に調整しながら溶離し、減圧蒸溜で水分を除去し乾固させた後、更にメタノール-アセトンの混合液にトルエン300mlを入れ、これらの水溶液を循環ポンプ(12)、(13)および(14)で循環した。陰極液(9)は抽出槽下層の水相のみを、陰極室において0.5m/secの線速度で循環させた。また陽極液、中間室液をそれぞれ陽極室、中間室において0.1m/secの線速度で循環させた。

陽極液、中間室液および陰極液を循環させつい電極間に10アンペア/dm<sup>2</sup>の電流を出し始めた。通電開始直後の水性陰極電解液のpHはほゞ7であったが、数分以内に約1.3まで上り、以後電解

特開昭57-14507(6)

MMPQが34%およびDMPQが3%であった。

#### 製造例3

製造例1と同じ装置および同じ方法によって実施したが、原料に1規定の1,2-ジメチルビリジニウムクロライド水溶液を用い、また酸化剤の使用量を300mmolに増加させた。

これで得られたものの組成はPQが47%、MMPQが45%およびDMPQが8%であった。

#### 製造例4

製造例1と同じ装置および同じ方法によって実施したが、原料に1規定の1,2-ジメチルビリジニウムクロライド水溶液を用い、また酸化剤の使用量を50mmolに減少させた。

これで得られたものの組成はPQがほとんど痕跡量であり、MMPQが7%でありまたDMPQが93%であった。

#### 製造例5

攪拌機および加熱装置を設えた2ℓのオートクレーブに、2-メチル-4,4'-ビビリジル250gおよび1.2ℓの水を投入し、攪拌しながら150

を終了するまで変わらなかった。また電極間電圧は当初約10ボルトであったが、漸次低下し電解終了時には7.8ボルト以下になつた。

電解開始と同時に、陰極板上で消費される原料に見合うだけの原料混合液を逐漸的にポンプを用いて抽出槽(7)に供給すると共に、毎時200mlの速度で新鮮なトルエン抽出剤を供給し連続的に生成した二塩基を抽出しながら抜出した。よって再結晶させ8.5gの純粋なものを得た。

この一部を採って水溶液にし、高速液体クロマトグラフィーにより各成分を定量したところ、PQが86%、MMPQが13%およびDMPQが1%であった。

#### 製造例2

製造例1と同じ装置および同じ方法によって実施したが、原料の組成のみを変更し、0.5規定の1-メチルビリジニウムクロライドおよび0.5規定の1,2-ジメチルビリジニウムクロライドの混合液を用いた。

これで得られたものの組成はPQが63%、

(19)

℃に加熱し塩化メチルガスを保圧弁で10kgfに調整しながら送入し2時間反応させる。

反応終了後温湯まで温度を下げ、反応液を取り出し被仕蒸留により水を蒸発乾涸させ、更にメタノール-アセトンによって再結晶させて180gのMMPQを得た。

#### 実施例

前記製造例1～5で合成した試料および市販のPQを用いて以下の組成の試験サンプル(1)～(9)を調製した。

以下余白

(20)

試験サンプル番号	配合組成比(重量%)
(1)	PQ 1 0 0
(2)	製造例1の試料 1-0-0
(3)	製造例3の試料：PQ：製造例1の試料 = 25：25：50
(4)	製造例2の試料 1 0 0
(5)	製造例3の試料：PQ = 50：50
(6)	製造例4の試料：PQ = 20：80
(7)	製造例3の試料：製造例4の試料：PQ = 25：25：50
(8)	製造例4の試料：PQ = 50：50
(9)	製造例5の試料：PQ = 50：50

上記サンプル(1)～(9)のそれぞれを水で稀釈して0.05%とし、また界面活性剤としてツイーン20を0.02%になるように添加して調合した溶液を、表1に示すような雑草がそれぞれ主として繁茂している広さ2mの試験区に所定の量を均一に噴霧した。

噴霧処理後1週間経って残存している雑草を刈り取り風乾重量を測定し、殺草率を計算した。殺

(21)

—56—

(22)

草率は次式によって算出した。

$$\text{殺草率} = \frac{\text{無処理区乾燥重量} - \text{処理区乾燥重量}}{\text{無処理区乾燥重量}} \times 100 (\%)$$

表1に示されるように、本発明の組成物はいずれも市販の除草剤PQに比較して十分な殺草効果を有していると云える。また組成中のPQ成分が減少すると共に、やや殺草効果は低下するものの使用量を増やすことによって補うことが出来る程度であり、実用上それほど支障を来たさない。

以下余白

(23)

表 1

試験 サンプル No	組成比(重量%)			散布量 kg/ha 当りの 使用量 (g)	殺草率(%)									
	PQ	MMPQ	DMPQ		メ ヒ シ バ	ス メ ノ テ ボ ウ	チ カ ラ シ バ	コ ナ ギ	ハ コ ベ	タ コ デ	カ ダ ミ	ツ バ ミ	ギ ク サ	シ ギ シ ナ
(1)	100	—	—	150	100	100	92	100	100	65	48	86	87	94
(2)	86	13	1	150	100	100	94	100	100	67	51	84	85	92
(3)	80	18	2	150	100	100	95	100	100	65	50	82	86	93
(4)	63	34	3	150	100	100	94	100	100	65	52	85	84	91
(5)	74	23	4	150	100	100	92	100	100	64	53	83	85	92
(6)	80	2	18	150	95	100	84	98	97	62	50	81	82	94
(7)	62	13	25	150	90	92	84	90	92	58	53	80	79	92
				200	100	100	95	100	100	69	56	88	85	95
(8)	50	4	46	150	90	91	83	89	95	57	52	76	75	90
				200	95	100	95	100	100	64	51	83	80	92
(9)	50	50	—	150	100	100	91	100	100	62	55	85	86	93

(24)

表 2

試験サンプル No	急性毒性実測値 $LD_{50}$ (mg/kg)	急性毒性計算値 <sup>(a)</sup> $LD_{50}$ (mg/kg)
(1)	210	—
(2)	390	240
(3)	430	260
(4)	580	330
(5)	750	280
(6)	720	260
(7)	590	340
(8)	1260	420
(9)	870	420

(a) DMPQ および MMPQ の毒性が全くないものと仮定した最も厳しい条件で、PQ の成分が単にその成分含有量まで稀釈されたものとして計算した値である。

## 4. 図面の簡単な説明

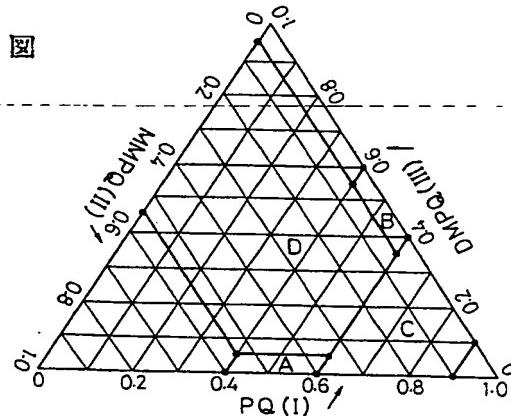
第1図は本発明の除草剤組成物の組成を示す組成図であり、A, B 及び C が本発明の除草剤組成物の組成を示す。

(25)

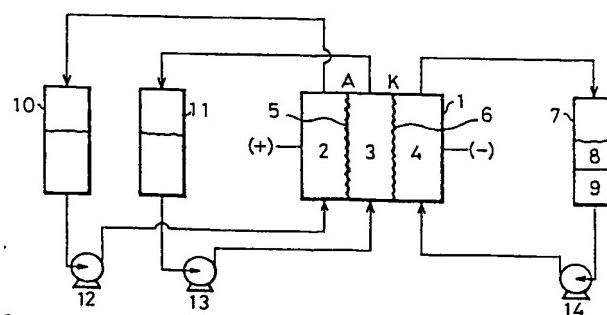
(26)

第2図は本発明の製造例において用いた電解二量化装置であり、(1)は電解槽、(2)は陽極室、(3)は中間室、(4)は陰極室、(5)はアニオン型イオン交換樹脂膜、(6)はカチオン型イオン交換樹脂膜、(7)は抽出槽、(8)は抽出溶媒、(9)は水性陰極電解液、(10)は陽極液溜、(11)は中間室液溜、(12), (13)および(14)はそれぞれ液循環ポンプである。

第1図



第2図



特許出願人

旭化成工業株式会社

特許出願代理人

弁理士 育木 明  
弁理士 西館 和之  
弁理士 石田 敬  
弁理士 山口 昭之

(27)